

Institut für Reaktorwerkstoffe
KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH
des Landes Nordrhein-Westfalen

Elektrolytisches Ätzverfahren zur
Beobachtung der räumlichen Anordnung
von Versetzungen an der Oberfläche
von Siliciumeisen

von
W. D. Hannibal

Jül - 51 - RW

September 1962

Berichte der Kernforschungsanlage Jülich - Nr. 51

Institut für Reaktorwerkstoffe Jül - 51 - RW

Dok.: SILICON IRON - ELECTROLYTIC ETCHING METHOD

DK: 669.1 : 669.782 : 620.183.27

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich,
Jülich, Bundesrepublik Deutschland

**Elektrolytisches Ätzverfahren
zur Beobachtung der räumlichen Anordnung
von Versetzungen an der Oberfläche
von Siliciumeisen**

Von W. D. HANNIBAL

Kernforschungsanlage Jülich, Institut für Reaktorwerkstoffe
(Z. Naturforsch. 16 a, 1397—1398 [1961]; eingeg. am 21. Oktober 1961)

Kürzlich haben wir an dieser Stelle¹ ein Ätzverfahren für Versetzungen beschrieben. Dabei waren neben den bekannten Ätzgruben noch langgestreckte Ätzrinnen zu sehen, teils regellos über die Oberfläche verteilt, teils parallel nebeneinander wie die Latten eines Zaunes.

¹ W. D. HANNIBAL, Z. Naturforsch. 15 a, 837 [1960].

* Abb. 1 bis 4 auf Tafel S. 1396 b

² R. H. DOREMUS, Acta Met. 6, 674 [1958].

Im folgenden wird versucht, die Entstehung dieser Gräben an Hand von elektronenmikroskopischen Aufnahmen zu erklären (Abb. 1—4 *).

Die Rinnen bestehen aus zwei Teilen: Einem Graben, der schon im Lichtmikroskop zu erkennen ist, und einer Vertiefung an einem oder an beiden Enden in Form eines dünnen Kegels.

Für die Deutung dieser Beobachtung kann man von den beiden Sonderfällen ausgehen, bei denen die Versetzungslinie entweder lotrecht oder parallel zur geätzten Oberfläche verläuft.

Im ersten Fall wird beim Ätzen vermutlich sehr schnell ein dünner Zylinder längs der Versetzungslinie herausgelöst, und zwar wegen der viel größeren Löslichkeit der Karbidausscheidungen^{1,2} gegenüber der Deckschicht in der weiteren Umgebung, die anschließend langsamer abgeätzt wird. Jedoch wird beim weiteren Ätzen der obere Rand des Zylinders wegen der dort höheren Feldstärke und Stromdichte bevorzugt abgetragen. Somit entsteht nach ausreichender Ätzzeit

eine kegelförmige Vertiefung, die im allgemeinen in der Mitte durch eine fast zylinderförmige Vertiefung mit kleinerem Durchmesser fortgesetzt wird.

Im zweiten Fall wird beim Abtragen der Oberfläche die Versetzungslinie freigelegt³. Die Korrosionsgeschwindigkeit ist in unmittelbarer Nähe der Versetzungslinie höher (s. oben), so daß hinter ihr die Oberfläche tiefer liegt als auf der ungestörten Kornfläche. Es kommt im Verlauf der Ätzung zu einer Verbreiterung des Grabens. Nach den bisher vorliegenden Ergebnissen verschwindet er selbst innerhalb einer Ätzzeit von 15 min noch nicht in der Untergrundrauigkeit.

Bei den Versetzungslinien, die unter dem Winkel φ die Oberfläche durchstoßen ($0 < \varphi < \pi/2$), wird wie bei den senkrecht stehenden Versetzungen ein langer

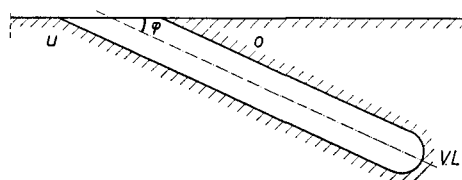


Abb. 5. Schnitt längs der Versetzungslinie (V.L.).

³ J. R. Low JR. u. R. W. GUARD, Acta Met. 7, 171 [1959].

⁴ Gemessen als Höhendifferenz zwischen abgedeckter und un-

bedeckter Oberfläche mit dem Perth-O-Meter der Hommelwerke, Mannheim.

Zylinder um die Versetzungslinie herausgeätzt (s. schematischer Schnitt längs der Versetzungslinie, Abb. 5). Bei der weiteren Ätzung wird der rechte obere Teil (o) infolge der starken Krümmung rasch abgetragen, und auf der linken Seite (u) weitet sich der Zylinder zu einem Graben auf, an dessen unterem Ende sich eine kegelförmige Vertiefung befindet. Für den Fall, daß die Versetzungslinie gekrümmt ist, kommt es bei günstiger Lage zur Ausbildung von zwei kegelförmigen Spitzen am Anfang und Ende der sichtbaren Linie.

Zwischen der Länge des Grabens g , der mittleren Abtragung h in der Ätzzeit und dem Winkel φ besteht bei geradlinig verlaufenden Versetzungen in erster Näherung die Beziehung $g = h \cdot \operatorname{ctg} \varphi$.

Im Elektrolyten¹ B betrug beispielsweise die Korrosionsgeschwindigkeit für unsere Proben bei 3 V Klemmenspannung $1,25 \mu\text{m}/15 \text{ min}$ ⁴. Bei einer Versetzung, die unter dem Winkel $\varphi = 5^\circ$ die Oberfläche durchstößt, hat der Graben nach 15 min Ätzzeit eine Länge g von etwa $12 \mu\text{m}$.

Ähnliche Bilder, wie sie hier gezeigt wurden, lassen sich auch bei Verwendung des Elektrolyten¹ A machen.

Es wird zur Zeit noch geprüft, ob Versetzungen mit einem Abstand von weniger als $0,1 \mu\text{m}$ getrennt werden können.

bedeckter Oberfläche mit dem Perth-O-Meter der Hommelwerke, Mannheim.

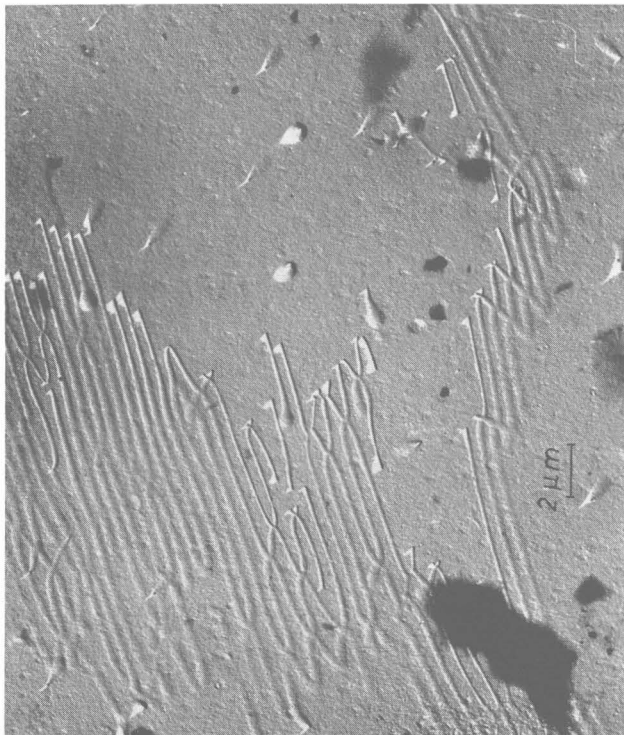


Abb. 1. Überkreuzung von Versetzungen. Triafol-Abdruck; Bedampfung: Pd unter 10° , C senkrecht zur Oberfläche; Aufnahme: Elmiskop I, Max-Planck-Institut für Pflanzenzüchtung, Köln-Vogelsang; Ätzung: Elektrolyt B, 7 min bei 2,7 V.

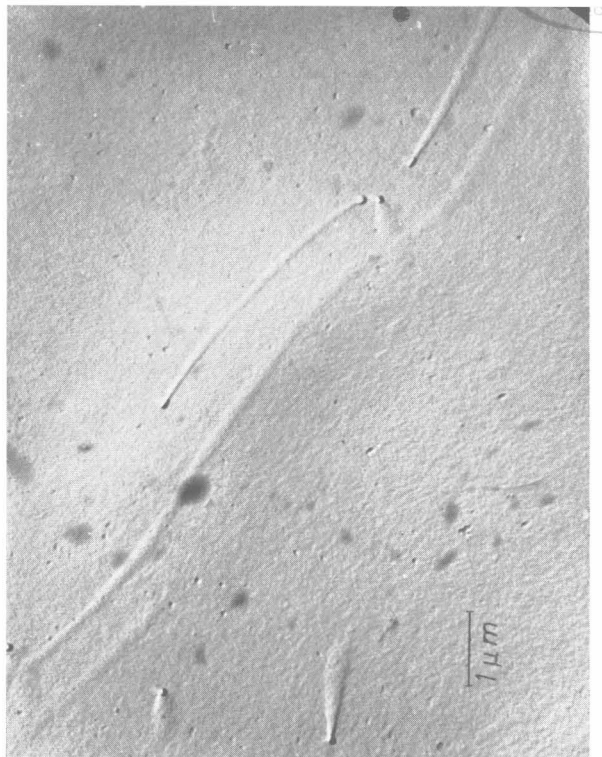


Abb. 2. Schräg zur Oberfläche verlaufende Versetzungen, gleiches Material wie bei Abb. 1. Triafol-Abdruck; Bedampfung: WO_3 unter 30° , SiO senkrecht zur Oberfläche; Aufnahme: Elmiskop I; Ätzung: wie bei Abb. 1; Bedampfung und Aufnahme im Institut für Elektronenmikroskopie am Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft in Berlin-Dahlem.

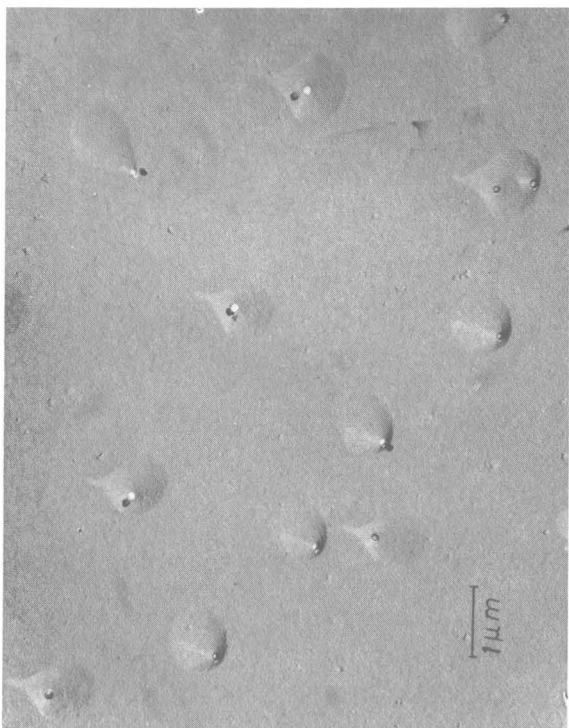


Abb. 3. Ätzgruben von nahezu senkrecht zur Oberfläche stehenden Versetzungen, sonst wie Abb. 2.

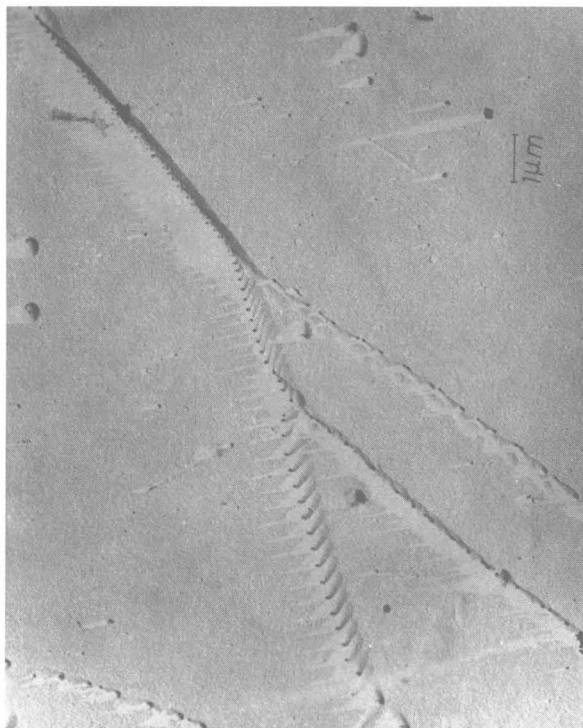


Abb. 4. Kleinwinkelkorngrenzen, gleiche Probe wie bei Abb. 1. Triafol-Abdruck; Bedampfung: SiO unter 10° , C senkrecht zur Oberfläche; Aufnahme: Elmiskop I; Ätzung: wie bei Abb. 1; Bedampfung und Aufnahme im Werkzeugmaschinenlabor der Techn. Hochschule Aachen.